

PRODUCTION OF LOW-LOSS FLUORINE-CONTAINING OPTICAL FIBER

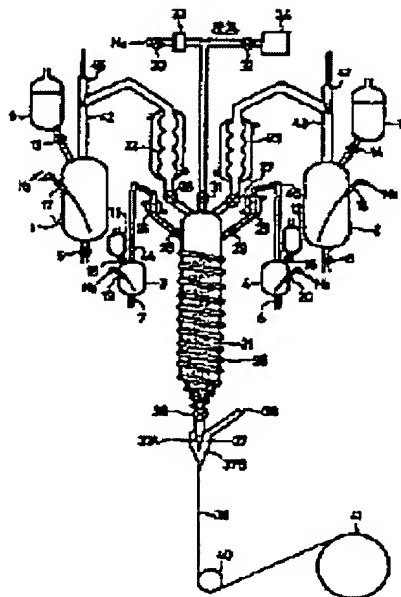
Patent number: JP4362904
Publication date: 1992-12-15
Inventor: ONISHI HIROAKI; others: 02
Applicant: MITSUBISHI RAYON CO LTD
Classification:
- international: G02B6/00; C08F2/00; C08F20/22; C08G65/22;
C08L71/02
- european:
Application number: JP19910025118 19910128
Priority number(s):

Report a data error here

Abstract of JP4362904

PURPOSE: To decrease transmission loss of light by constituting both of the core polymer and the clad polymer of specified fluorine-contg. polymers.

CONSTITUTION: The polymer is prepared by the following process. 2,2'-azobis is introduced from a polymn. initiator tank 11 to a still 3, into which nitrogen gas is introduced to send the vapor of the polymn. catalyst to a cooling tube 24. The vapor of the polymn. catalyst is condensed into a soln. and then introduced to a polymn. chamber 21. Then vapor of n-butylmercaptan is introduced to a cooling tube 25 to be condensed while nitrogen gas is introduced to a still 4. The condensed n-butylmercaptan is introduced to the polymn. chamber 21 which is cooled. Further, alpha-fluoro-1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropyl acrylate is introduced from a monomer tank 9 for core material to a still 1. The still 1 is heated, into which nitrogen gas is introduced through a capillary 17 to send the vapor of the chief monomer to a cooling tube 22 and the vapor is condensed and introduced to the polymn. chamber 21.



Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-362904

(43) 公開日 平成4年(1992)12月15日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 6/00	3 6 6	7036-2K		
C 0 8 F 2/00	M A J	7442-4 J		
20/22	M M T	7242-4 J		
C 0 8 G 65/22	N Q M	9167-4 J		
C 0 8 L 71/02	L Q E	9167-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平3-25118

(22) 出願日 平成3年(1991)1月28日

(71) 出願人 000006035

三菱レイヨン株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番19号

(72) 発明者 大西 宏明

広島県大竹市御幸町20番1号三菱レイヨン株式会社内

(72) 発明者 島田 勝彦

広島県大竹市御幸町20番1号三菱レイヨン株式会社内

(72) 発明者 山本 隆

広島県大竹市御幸町20番1号三菱レイヨン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 田村 武敏

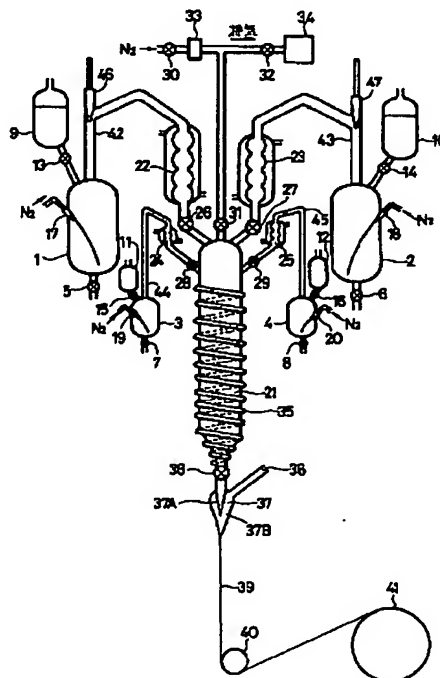
(54) 【発明の名称】 低損失含フッ素光ファイバの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 光伝送損失が極めて少なく、可視～近赤外領域の波長の光を1 Km以上の長距離まで伝送しうるオールプラスチック光ファイバを製造すること。

【構成】 芯形成用重合体の各成分を完全密閉系で蒸留して重合釜へ供給し、完全重合した後、紡糸系へ供給する。

【効果】 芯形成用重合体中に光散乱効果を奏する異物の混入を極力低減させると共に、芯形成用重合体、鞘形成用重合体を共に特定の含フッ素重合体にて構成したことにより、長距離の光伝送を行ない得るプラスチック光ファイバとなし得た。

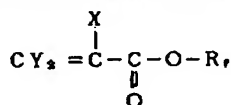


【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で示される単量体を主単量*

*体とする単量体と

【化1】



(式中XはH、-CH₃、D、F、Cl又はCF₃を、

YはH又はDを、

R₁は直鎖状又は分岐状フルオロアルキル基を示す。)

重合開始剤および分子量調節剤のいずれをも、完全密閉系において、酸素不在下で蒸留によって重合容器に供給し、単量体類を重合して得た重合体を芯とし、パーフルオロ(2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソール)を主単量体とした重合体を鞘とした低損失含フッ素光ファイバの製造方法。

【請求項2】 鞘材としてパーフルオロ(2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソール)を主単量体とする共重合体50~99重量部と、パーフルオロポリエーテル1~50重量部とよりなる組成物を用いることを特徴とする請求項1記載の低損失含フッ素光ファイバの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は低損失含フッ素光ファイバの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、光ファイバとしては、広い波長領域に亘って優れた光伝送を行なうことができる無機ガラス系光学繊維が知られているが、この光ファイバは加工性が悪く、曲げ応力が弱いという難点があり、より加工性のよい光ファイバとして、プラスチックを基材とする光ファイバが開発され、実用化されている。

【0003】このプラスチック光ファイバは、屈折率が大きく、かつ光の透過性が良好なポリメタクリル酸メチル(以下PMMAという)、ポリカーボネート(以下PCという)等の重合体よりなる芯材(コア)と、これより屈折率が小さくかつ透明な含フッ素ポリマー等の重合体よりなる鞘材(クラッド)とを基本構成単位としている。これらのコア・クラッド型の光ファイバ(光ファイバ素線)としては、この光ファイバ素線や光ファイバ素線に機能性保護層を設けたバルクファイバ、光ファイバ素線をジャケット材で被覆した光ファイバコード、及びバルクファイバの集合体である集合ファイバ、更にはバルク光ファイバにテンションメンバーを設けた光ファイバケーブルなどが知られている。

【0004】これらのオールプラスチック光ファイバは芯を構成する重合体分子内にC-H結合を多数有し、そのC-H結合の伸縮、振動による光吸収が低波長領域に存在し、その5~8倍音が近赤外、可視領域、すなわち400nm以上の波長領域でも存在し、この波長領域での

10 光伝送損失が大きくなる原因となっていた。例えばポリメチルメタクリレート(PMMA)を芯とする光ファイバのC-H結合に基づく光吸収による伝送損失は650nmの波長において約100dB/Km、780nmの波長において約400dB/Kmとなる。またポリメチルメタクリレート中のH原子を重水素に置き換えたd₈-PMMAを芯とする光ファイバの光伝送損失は780nmの波長において50dB/Kmとされているが、この型の光ファイバはd₈-PMMAが高い吸水率を備えているため、経時的に芯が吸水し、その光伝送損失が経時的に増大するという難点があった。

20 【0005】近赤外領域の発光を行ない、かつ、高出力で高速データ伝送を行ない得るLEDが低コストでかつ、大量に生産されているが、従来開発されてきたオールプラスチック光ファイバはこれらの近赤外発光可能なLEDを使えないため、100mを越える光伝送を1本の光ファイバで行なうことは難しくプラスチック光ファイバを用いたLANの開発も遅れている現状にある。

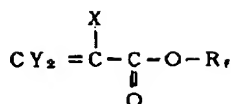
【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで、近年、近赤外領域の光の伝送を行ない得るプラスチック光ファイバの開発も検討されており、例えばEP340557(特開昭1-314206号)公報及びEP340555(特開平2-12206号)公報には、α-フルオロアクリル酸のフルオロアルキルエステル重合体を芯とし、フッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン系コポリマーを鞘とする光ファイバの発明が示されている。この光ファイバは近赤外領域の波長の光の伝送を一応行なうことができるが、α-フルオロアクリル酸誘導体の重合体は加熱により着色するという欠点がある。そのためこの重合体を芯として押出機に供給し複合ノズルから光ファイバを得るという工程では該重合体が熱劣化着色するため光伝送損失の極めて小さな優れた光ファイバは得られなかった。また芯材と鞘材の屈折率の差が小さく低開口数の光ファイバとなるという問題点があった。

【0007】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者等は上記課題を解決するための方法を見出すべく検討した結果本発明を完成したものであり、その要旨とするところは一般式(1)で示される単量体を主単量体とする

【化2】



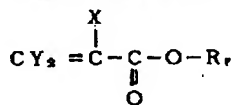
式中XはH、-CH₃、D、F、Cl又はCF₃を、

YはH又はDを、

R_fは直鎖状又は分岐状フルオロアルキル基を示す。

重合体からなる芯とパーフルオロ（2，2-ジメチル-1，3-ジオキソール）を主単量体とする共重合体からなる鞘を有するプラスチック光ファイバを製造するにあたり、一般式（1）で示される単量体を主単量体とする成分、重合開始剤、および分子量調節剤のいずれをも、完全密閉系において、酸素不在化で、蒸留によって重合容器に供給し、単量体類を塊状重合して前記芯形成用重合体を形成することを特徴とする低損失含フッ素プラスチック光ファイバの製造方法にある。

【0008】本発明により得られた重合体を重合釜より*



式中XはH、-CH₃、D、F、Cl又はCF₃を、

YはH又はDを、

R_fは直鎖状又は分岐状フルオロアルキル基を示す。

で示されるα-フルオロ又はα-クロロアクリレート誘導体アクリレート誘導体又はメタクリレート誘導体の単独重合体又は共重合体である。

【0010】式中のR_fとしては-(CH₂)_m(CF₂)_nZ（式中mは0～2の整数、nは1～12の整数、ZはH又はFを示す）で表される直鎖フルオロアルキル基、-CH₂C(CF₃)A（式中AはH、D、F脂肪族又は脂環アルキル基又は芳香族アルキル基を示す）、或いは-C(CF₃)₂A等を挙げることができるがこれらモノマーに限定されるものではない。

【0011】芯形成用重合体として一般式（1）で示す単量体単位を少なくとも30モル%以上、好ましくは75モル%以上含むものとするのがよい。当該モノマー単位含有量が30モル%未満の重合体はそこに含まれるC-H結合量が増大し、かつ吸水率も高くなるため、該重合体を芯とする光ファイバは光伝送特性の良好な光ファイバとすることが難しい。

【0012】一般式（1）で示される単量体と共重合可能な他のモノマーとしてはエステル基かメチルエステル、エチルエステル、ブチルエステル、t-ブチルエステル、シクロヘキシルエステル、フェニルエステル、イソボルニルエステル等であるメタクリレート類又はアクリレート類の他、アレイミド、フェニルアレイミド、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、スチレン、α-メチルスチレン、p-クロルスチレン、アクリロニトリル、酢酸ビニルなどを挙げることができる。

*溶融状態で直接芯-鞘構造形成用の溶融紡糸複合ノズルに供給するか、もしくは重合体ロッドとしてとりだしラム押出機に装着し紡糸することにより、紡糸時の熱劣化による着色が少ない光ファイバが得られる。

【0009】また鞘材に低屈折率のパーフルオロ（2，2-ジメチル-1，3-ジオキソール）を主単量体とする屈折率1.29～1.34の共重合体を用いることで高開口数の光ファイバが得られる。本発明を実施するに際して用いる芯形成用重合体は一般式（1）

【化3】

【0013】また芯形成用重合体中に含まれる径0.5μm以上の異物は該重合体を芯とする光ファイバの光伝送特性を著しく低下させるものであり、1km以上の光伝送を行わしめる光ファイバとしては好ましくない。そこで該重合体中の異物含有量としてはポリマ1g当り、10、000ヶ以下のものとするのがよい。異物含有量の少ない重合体を作るには使用する重合触媒、モノマー、分子量調節剤、或いは重合触媒等を蒸留法、膜フィルターによる濾過法昇華精製法等により精製しておくことが好ましい。また、重合雰囲気も密閉系でダストフリーな状態で行なうのがよい。ポリマー中に含まれる異物量の測定は、ポリマーの0.1重量%溶液を試料として用意し、この試料1gを液体微粒子カウンター（HIA C/ROYCO liquid Fine Particle Counter: HIA C/ROYCO株式会社製）にて、そこにふくまれる微粒子数を測定することにより得られる値である。

【0014】本発明における鞘材に用いられるパーフルオロ（2，2-ジメチル-1，3-ジオキソール）は、米国特許3865845号などに記載の方法によって合成することができる。また、その共重合体は米国特許3978030号などに記載の方法によって製造することができる。

【0015】共重合に用いられる少なくとも1個の他のエチレン系不飽和単量体としては、特に制限はないが、α-オレフィン、シクロオレフィン、ビニルエーテル、

5

例えば、エチレン、プロピレン、イソブチレン、ブテン-1、あるいはエチルビニルエーテル、プロピルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル等を挙げることができる。さらには、 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{CF}_2$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}=\text{CFCF}_3$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCF}_2\text{CHF}_2$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{CH}_2$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_3$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCF}_2\text{CH}_3$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CH}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCH}_3$ 、 $\text{CF}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$ 、 $\text{CH}_3\text{CF}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $\text{CFH}_2\text{CH}=\text{CHCFH}_2$ 、 $\text{CH}_3\text{CF}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $\text{CH}_2=\text{CFCH}_2\text{CH}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_2\text{CF}=\text{CF}_2$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{CF}=\text{CF}_2$ 、等の炭素原子数4以上のフルオロオレフィン系モノマーを挙げることができる。

【0016】更に、官能基を有する単量体、例えば、パーフルオロ（アルキルビニルエーテル）、メチル3-〔1-〔ジフルオロ（トリフルオロエチニル）オキシ〕メチル〕-1, 2, 2, 2-テトラフルオロエトキシ-2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロパノエート、または2-〔1-〔ジフルオロ（トリフルオロエチニル）オキシ〕メチル〕-1, 2, 2, 2-テトラフルオロエトキシ-1, 1, 2, 2-テトラフルオロエタンスルホニルフルオリド等をあげることができる。

【0017】上記単量体との共重合体は、鞘材として必要な透明性を有しかつ、1.29~1.34の屈折率を有する非晶性の弗素重合体である。また、これらは、パーフルオロ（2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソール）の環構造を重合体内に有することから、良好な耐熱安定性を有しており、高いガラス転移温度を示すものである。共重合体のガラス転移温度は、共重合体を構成する各単量体の種類と組成比により任意に変更することが可能である。

【0018】更に、本発明を実施するに際しては、鞘材としてパーフルオロ（2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソール）を主単量体とする共重合体50~99重量部と、数平均分子量10, 000以下のパーフルオロアルキルエーテル1~50重量部とよりなる混合物をも同様に用いることができる。

【0019】ここで用いる数平均分子量10, 000以下のパーフルオロアルキルエーテルはパーフルオロ（2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソール）重合体に対し可塑効果を有する化合物であり、上記混合物よりの成形体からのパーフルオロアルキルエーテルの経時的な浸み出し現象はほとんど認められない。この樹脂混合物は光学的透明性に優れており、耐熱性も高く、屈折率も1.29~1.35の範囲にあり、光ファイバ用鞘材としての適性を十分に備えたものである。

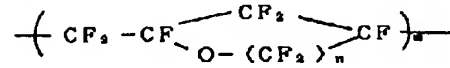
【0020】パーフルオロアルキルエーテルの具体例としては $\text{F}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、 $\text{F}[\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{O}]_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、 $\text{F}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、 $\text{F}[\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}]_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、等を挙げることができ、市販品としては、ダイキン工業（株）製の商標Demnumや、デュポン（株）製の商標Krytox等がある。

【0021】更に、式 $(\text{CF}_2\text{O})_n$ なるパーフルオロエーテル

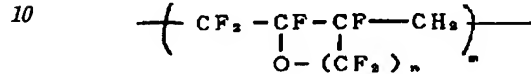
6

構造を有する環状構造化合物、例えば、パーフルオロテトラヒドロフラン、2-ブチルテトラヒドロフラン、パーフルオロ-1, 3-ジオキサン、或いは一般式(2)、(3)、(4)で示される

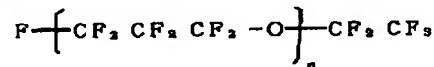
【化4】



【化5】



【化6】



パーフルオロ環状ポリエーテルなどがある。

【0022】本発明を実施するには図1に示す如き、芯形成用重合体の各成分の蒸留精製装置と重合容器とを直結し、各成分を、蒸留によって重合容器に供給する方法をとるのが好ましい。各成分の蒸留は常圧蒸留法、減圧蒸留法を用いることができる、かくの如き、重合容器への各成分の供給方法を採用することにより、得られる重合体の光散乱性を与える光学的異物の混入を防止することができる。また重合は酸素の不存在下に行ない酸化着色物質の重合体内への混入を防止することが好ましい。

【0023】芯形成用単量体の重合は塊状重合法により完全重合することが好ましいが、重合系に残存する揮発性物質を除去するため、重合容器の終端部に完全密閉系の薄膜脱揮装置を取りつけてこれらの物質を除去することが望ましい。

【0024】本発明の光ファイバを作るのは図1に示す如く重合上がりの芯形成用重合体を芯-鞘構造形成用の溶融複合紡糸装置に導いて紡糸する方法、重合上がりの重合体を溶融紡糸法にて芯ファイバを形成し、鞘形成用重合体の溶液の入ったコーティングポットにて鞘を形成する方法、或いは重合容器としてラム押出機に直結可能な構造の容器を用いて芯形成用重合体を作り、ラム押出機を用いて光ファイバを作る方法などを用いることができる。

【0025】本発明の方法によると芯体中には光ファイバの光伝送特性を低下させる光散乱物質の混入をさけること、芯形成用重合体中には光の伝送特性を低下させるC-H結合に代わり、そのような特性を有さないC-F結合を多量導入したものに構成されているため、可視~近赤外線の中広い波長領域の光を1Km以上の長距離にわたって伝送することができる。

【0026】

【実施例】以下実施例により本発明を更に詳細に説明す

る。

【0027】

【実施例1】本実施例にて使用した装置のブロック図を図1に示す。同図中(1)、(2)は芯形成用単量体蒸留釜、(3)は重合開始剤蒸留釜、(4)は分子量調節剤蒸留釜、(5)、(6)、(7)、(8)は蒸留釜(1)～(4)の蒸留残留物排出弁である。(9)、(10)は芯形成用単量体原料だめであり、(11)は重合触媒だめ、(12)は分子量調節剤だめであり、(9)、(12)のそれぞれの原料はそれぞれの供給コック(13)～(16)を介して供給する。(17)～(20)は釜への不活性ガス供給用キャピラリーであり、(21)は計量用メニスカヌのついた内径10～100mmの加熱冷却用円筒部分を有する重合容器であり、この重合容器(21)には、各蒸留釜(1)～(4)から、それぞれの冷却管(22)～(25)で冷却された蒸留液がフッ素樹脂製の真空-加圧調節用ニードルコック(26)～(29)を介して供給され、この重合容器(21)内に貯留する。(30)～(32)はフッ素樹脂製の真空-加圧調節用ニードルコックであり、ニードルコックから導入した不活性ガスを該ガス中に含まれる光学的異物除去のため、孔径0.1μmの濾過フィルタ(33)を介し、更にニードルコック(31)を介して重合容器(21)に導く。

【0028】重合容器(21)はニードルコック(31)、(32)を経て真空ポンプ(34)に連結される。重合容器(21)の円筒部分の外周面を加熱-冷却用ジャケット(35)で囲包する。重合容器(21)の底端部は芯形成用重合体供給速度調節弁(36)を介して、複合紡糸ノズル(37)に結合しており、(37A)は芯形成用ノズルを、(37B)は鞘形成用ノズルである。光ファイバ(39)はプーリー(40)を介して光ファイバ巻取りドラム(41)に巻き取る。なお(42)～(45)は分留管を、(46)(47)は突沸防止機構である。

【0029】まず、弁(13)、(5)、(15)、(7)、(6)、(18)、(8)、(16)、(36)、(30)を閉じ、弁(26)、(27)、(28)、(29)、(31)、(32)を開いて真空ポンプ(34)により装置全体を減圧状態にする。次いでコック(32)を閉じ、コック(30)を開き、装置内の雰囲気フィルタ(33)を通過した乾燥窒素で置換した。芯形成用主単量体だめ(9)にα-フルオロ-1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルアクリレート、芯形成用副単量体だめ(10)にα-フルオロ-2, 2, 2-トリフルオロエチルアクリレートを、重合開始剤だめ(11)に2, 2'-アゾビス(2, 4, 4-トリメチルペンタン)を、分子量調節剤だめ(12)にn-ブチルメルカプタンを入れ、各蒸留釜(1)、(2)、(3)、(4)に夫々導入した。

【0030】まず、完全密閉系で酸素不在の状態の重合

釜(21)を冷却ジャケットにより-5℃に冷却し、コック(24)、(27)、(29)を閉じコック(28)は開いたままとし、コック(15)を開き、重合開始剤だめ(11)から2, 2'-アゾビス(2, 4, 4-トリメチルペンタン)を、蒸留釜(3)に導く。蒸留釜(3)は100℃に加熱しておく。次にコック(30)を閉じ、コック(32)を開き蒸留系を50mmHgに減圧し、キャピラリー(19)から蒸留釜(3)に窒素ガスを導入して、重合触媒の蒸気を冷却管(24)に送る。重合触媒の蒸気を冷却管(24)に送って凝縮し、得られた重合触媒の溶液を重合容器(21)に導入する。次にコック(28)を閉じ、コック(26)、(27)を閉じたまま、コック(29)を開き、更にコック(16)を開いて分子量調節剤だめ(12)からn-ブチルメルカプタンを蒸留釜(4)に導く。蒸留釜(4)を80℃に加熱する。次に密閉系を200mmHgに保ったまま、キャピラリー(20)から蒸留釜(4)に窒素ガスを導入しながら、n-ブチルメルカプタンの蒸気を冷却管(25)に導いてn-ブチルメルカプタンの蒸気を凝縮し、-5℃に冷却された重合容器(21)に導入した。

【0031】次にコック(29)を閉じ、コック(26)、(28)を閉じたまま、コック(27)と(14)を開き、芯形成用副単量体だめ(10)から蒸留釜(2)にα-フルオロ-2, 2, 2-トリフルオロエチルアクリレートを導入する。密閉系を200mmHgに保ち、蒸留釜(2)を80℃に加熱し、キャピラリー(18)から蒸留釜(2)に窒素ガスを導入しα-フルオロ-2, 2, 2-トリフルオロエチルアクリレートの蒸気を冷却管(23)にて冷却し、芯形成用副単量体の溶液として重合釜(21)に導入した。次に、コック(27)を閉じ、コック(28)、(29)を閉じたまま、コック(26)、(13)を開き、芯形成用主単量体だめ(9)から蒸留釜(1)にα-フルオロ-1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルアクリレートを導入する。密閉系を200mmHgの圧力に保ち、蒸留釜を110℃に加熱し、キャピラリー(17)から蒸留釜(1)に窒素ガスを導入し主単量体の蒸気を冷却管(22)に導き、凝縮して重合釜(21)に導入する。

【0032】上記の如くして重合釜(21)にα-フルオロ-1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルアクリレート80モル%、α-フルオロ-2, 2, 2-トリフルオロエチルアクリレート19.5モル%、アゾビス(2, 4, 4-トリメチルペンタン)0.1モル%、n-ブチルメルカプタン0.4モル%なる混合物を入れた。コック(27)、(28)、(29)を閉じたまま、コック(26)、(32)を閉じた後、コック(30)を開いて重合容器(21)に窒素ガスを導入し、釜内圧力を3Kg/cm²とした後、完全密閉系とし、重合釜(21)を105℃で7日間加熱し、次いで

9

135℃で20時間、180℃で20時間加熱重合し、塊状重合を完了し屈折率1.360の芯形成用重合体を作った。

【0033】コック(31)、(36)を開き溶融した芯形成用重合体をノズル(37A)に押出す。鞘形成用重合体として屈折率1.308のパーフルオロ(2,2-ジメチル-1,3-ジオキソール)/テトラフルオロエチレン=50/50モル%の共重合体をノズル(37B)に押し出し、ノズル(37)の温度を170℃に保って複合溶融紡糸し、コア径980μm、鞘厚10μmのオールプラスチック光ファイバを作った。この光ファイバの光伝送損失は400nmの光で54dB/km、650nmの光で48dB/km、770nmの光で87dB/km、950nmの光で162dB/kmであり、その開口数は0.38であった。

【0034】

【比較例】実施例1で用いたものと同じ芯形成用単量体を重合開始剤及び分子量調節剤を用い、蒸留及び濾過により慎重に精製したのち130℃に温度調節したかく判式容器中に連続的に供給した。生成したシロップ状混合物を連続的に二軸スクリュウ押出機に移しスクリュウ押出機中で重合体が130至180℃において連続的に重合し、その状態で揮発性成分を脱ガス域において真空中で除去し一軸スクリュウ押出機に供給し、他方一軸スクリュウ押出機に実施例1で用いたものと同じ鞘形成用重合体を供給し、複合ノズルにおいて紡糸し芯径980μm、鞘厚10μmの光ファイバを得た。得られた光ファ

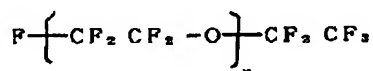
10

イバの光伝送損失は400nmで142dB/km、650nmで80dB/km、770nmで95dB/km、950nmで162dB/kmであり、特に低波長域での伝送損失が大きく、出射光は著しく着色したものであった。

【0035】

【実施例2】実施例1と同様にして芯形成用重合体を得、ノズル(37A)に供給した。鞘形成重合体として、パーフルオロ(2,2-ジメチル-1,3-ジオキソール)/テトラフルオロエチレン=60/40モル%の共重合体80重量部と下記構造式(4)で示される数平均分子量8000のパーフルオロエーテル20重量部の混合物を

【化7】



鞘形成重合体としてノズル(37B)に押し出しノズルの温度を170℃に保って複合溶融紡糸しコア径980μm、鞘厚10μmの光ファイバを得た。この光ファイバの光伝送損失は650nmで45dB/km、770nmで90dB/km、950nmで171dB/kmであった。

【0036】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の光ファイバを効率よく作り得る芯形成用重合体重合系と紡糸系を直結した光ファイバ製造装置の概略図である。

【図1】

